飲料水分析における Agilent 7700x ICP-MS の優位性

アプリケーションノート

環境

著者

Steve Wilbur
Agilent Technologies, Inc.
3380 146th Place SE, Suite 300,
Bellevue Washington, 98007
USA

はじめに

飲料水に含まれる微量金属に関するルーチン環境分析においては、Agilent 7700x ICP-MS の第 3 世代のオクタポールリアクションシステム (ORS^3) テクノロジーが威力を発揮します。実績のある Agilent 7500 シリーズ ICP-MS のセルテクノロジーを見直して再設計を行い、7700x ICP-MS では多原子イオン干渉を除去するためのヘリウム (He) 衝突モードの性能が著しく改善されています。He モードはシンプルで普遍性があるため、7700x ICP-MS では、サンプルの予備知識および複雑な干渉補正式を使用せずに、同一の条件で多原子イオン干渉をすべて除去できます。その結果、測定メソッド作成が簡単になり、検出限界が下がり、分析時間が短縮できます。特に、鉄およびセレンに影響するアルゴンプラズマ起因干渉物の場合に、干渉除去が改善されました。He モードでも、20 ppt 未満のセレンの検出限界を常に実現できます。

Agilent Technologies

感度、精度、およびダイナミックレンジの向上

効率の良いオクタポールリアクションシステム (ORS^3) に加え、7700x ICP-MS には、新しいイオンレンズおよび検出器が備わっています。これにより、従来の 7500cx ICP-MS に比べ、感度が向上し、バックグラウンド干渉が少なくなります。特別なチューニングまたは最適化を行うことなく、上水から高い総溶解固形物 (TDS)(Total Dissolved Solids) を含むミネラルウォーターまでのさまざまな水質試料をルーチン分析できます。プラズマのセットアップを素早く自動的に行える新しいワンクリックプラズマ設定機能や迅速で再現性に優れた自動チューニング機能 (Expert AutoTune) などにより、機器をすべて自動的に最適化できます。

図 1 は、7700x ICP-MS で得られる検量線の代表例を示しています。検量線用の標準溶液の液性は、Ag、Sb、および Hg を安定化するため 1 % HNO_3 + 0.5 % HCl を含有しています。従来 ICP-MS では、HCl の使用を避ける必要がありました。これは、As、Se、Cr、および V に対して Cl ベースの干渉物が形成されるためですが、ORS^3 では、このような干渉物を He モードで除去できるので、水素またはその他のリアクションガスが必要ありません。バナジウムに対するバックグラウンド相当濃度 (BEC)(Background Equivalent Concentration) が 3.7 ppt であることは、7700x の He モードで、ClO^+ 干渉物 (質量 51) を効率的に除去できることを示しています。この干渉物の除去は困難であり、通常 NH_3 または NH_3/He などの反応性が高いセルガスが必

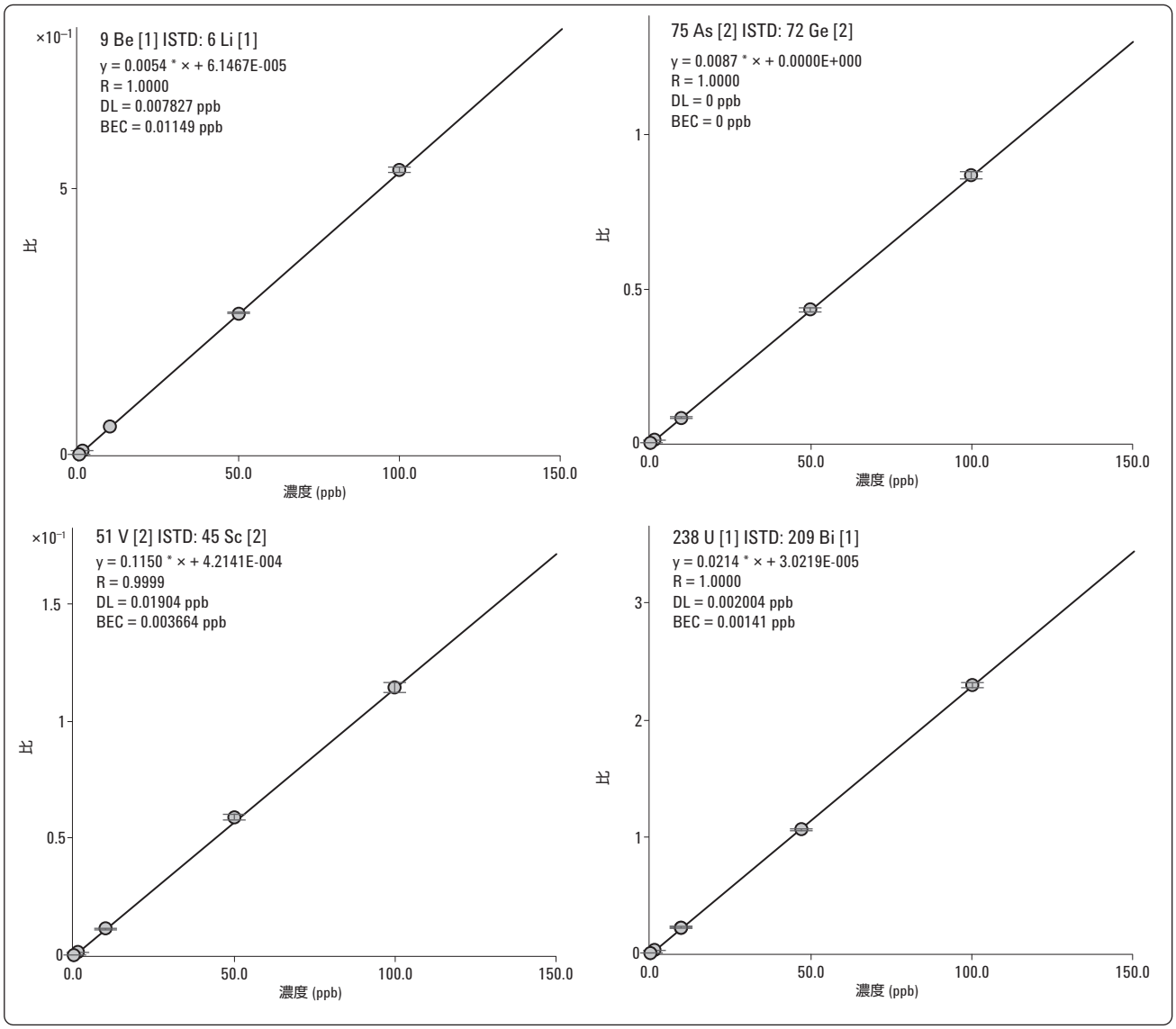

図 1. 飲料水メソッドにおける代表的な検量線。Be および U はノーガスモード、As および V は He モードで分析。
標準試料の液性は、1 % HNO_3 + 0.5 % HCl ベース。

要ですが、これらのガスは副生成物イオンを生成するため、多元素分析には適しません。

メソッド検出限界 (MDL) の典型例を ppt 単位で表 1 に示します。これらの MDL が得られるのは、高度に最適化した条件ではなく、ワンクリックプラズマ設定ルーチンにより得られたデフォルトの堅牢なプラズマ条件を使用した場合です (CeO^+/Ce^+ < 1 %)。

7700x ICP-MS は感度が高いため、水に含まれる微量の汚染物質を精度よく簡単に分析できます。さらに、標準装備の高マトリクス導入 (HMI) システムにより、高マトリクスサンプルの長いシーケンスを堅牢に長期間安定的に分析できます。飲料水、サンプル A (109 mg/L の TDS) およびサンプル B (309 mg/L の TDS) の 2 種類の高 TDS ミネラルウォーター、および NIST 1643e 標準水溶液 (1/10 に希釈) で構成されるシーケンスを 11 時間連続で分析しました。このシーケンスには、米国のEPA で強制されている連続キャリブレーションチェック (CCV) (Continuous Calibration Validation) および連続キャリブレーションブランクサンプル (CCB)(Continuous Calibration Blank) が含まれており、サンプルあたりの平均分析時間 3.5 分未満で合計 190 の分析を実施しました。すべてのメソッド検体の CCV 回収率をシーケンス全体について図 2 にプロットしています。いずれの CCV でも、米国 EPA の基準値 +/–10 % (赤で表示) を超える元素はありませんでした。シーケンスに含まれる NIST 1643e (低濃度での感度および精度を試験するため 1/10 に希釈) について 28 回繰り返し分析を行った際の平均回収率および相対標準偏差 (%RSD) を表 2 にまとめます。

表 1. 飲料水に含まれる微量元素についての 3 シグマのメソッド検出限界 (ppt 単位)。
Fe および Se の検出限界は、He モードで 20 ppt 以下。

原子量	元素	MDL (ppt)	セルモード
9	Be	5.2	ノーガス
11	B	5.0	ノーガス
23	Na	58.5	ノーガス
24	Mg	2.8	ノーガス
27	Al	7.9	ノーガス
39	K	76.9	He
42	Ca	57.8	He
51	V	14.3	He
52	Cr	4.3	He
55	Mn	8.5	He
56	Fe	14.8	He
59	Co	4.4	He
60	Ni	14.7	He
63	Cu	2.7	He
66	Zn	14.0	He
75	As	11.9	He
78	Se	17.6	He
88	Sr	2.1	He
95	Mo	6.9	He
107	Ag	2.3	He
111	Cd	2.9	He
121	Sb	6.1	He
137	Ba	5.7	He
202	Hg	1.2	He
205	Tl	2.4	He
208	Pb	1.3	He
232	Th	1.8	He
238	U	1.7	He

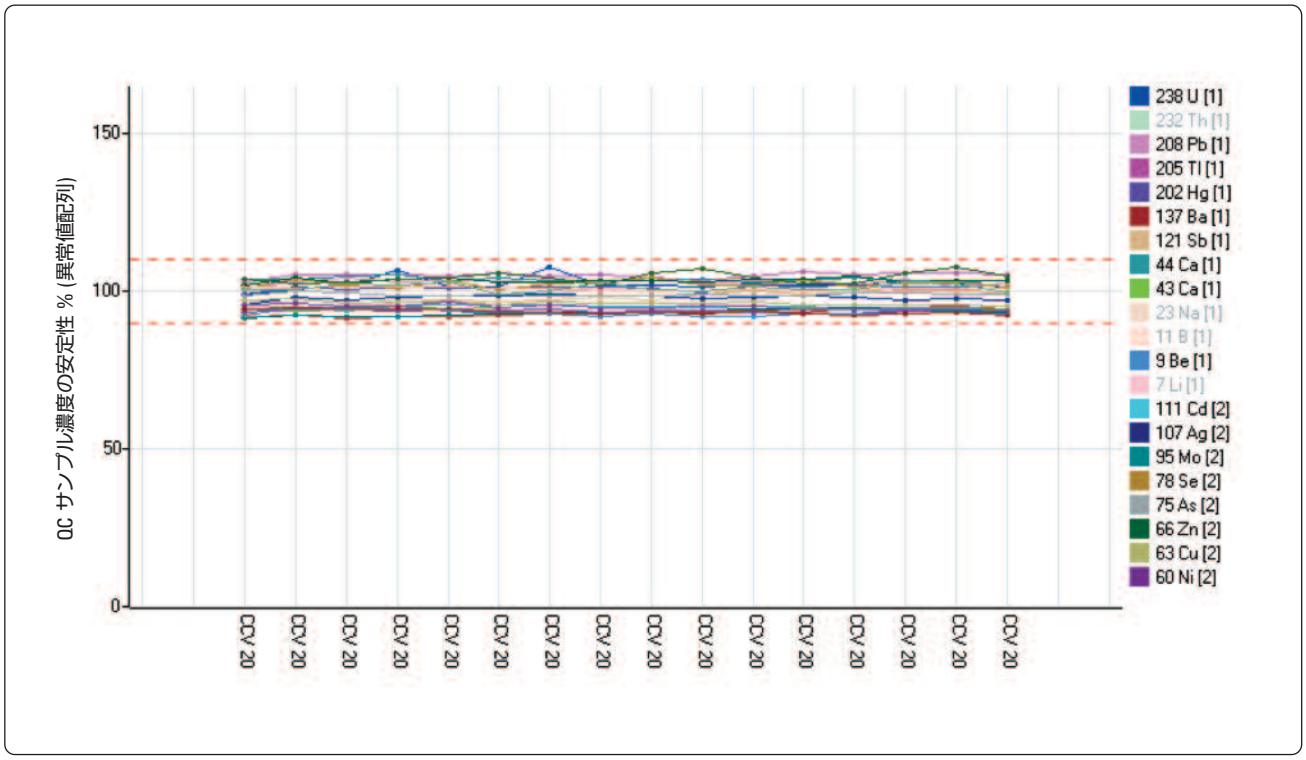

図 2.　190 のサンプルシーケンス全体についてのすべてのメソッド検体の CCV 回収率 (20 ppb)。CCV チェックは全て+/–10 %以内でした。[1] = ノーガスモード、[2] = He モード

表 2.　NIST 1643e (1/10 希釈) 標準水溶液についての平均値、相対標準偏差、および回収率認定値 (%)。

元素/モード	測定値 (ppb)	相対標準偏差 (%)	回収率 (%)
9 Be [ノーガス]	14.4	2.0	103.3
11 B [ノーガス]	156.3	1.6	99.0
23 Na [ノーガス]	19581	2.7	94.4
24 Mg [ノーガス]	7376.6	2.9	91.8
27 Al [ノーガス]	137.5	2.8	97.0
39 K [He]	2043.5	0.9	100.5
44 Ca [He]	34251	2.6	106.0
51 V [He]	36.6	0.7	96.9
52 Cr [He]	19.8	1.0	97.2
53 Cr [He]	19.7	0.7	96.6
55 Mn [He]	38.5	0.6	98.9
56 Fe [He]	100.9	1.2	102.9
57 Fe [He]	100.2	1.4	102.2
59 Co [He]	25.8	0.6	95.5

元素/モード	測定値 (ppb)	相対標準偏差 (%)	回収率 (%)
60 Ni [He]	58.2	0.7	93.4
63 Cu [He]	21.1	0.8	92.8
66 Zn [He]	73.2	0.5	93.3
75 As [He]	59.9	2.2	99.2
78 Se [He]	10.9	2.8	91.2
88 Sr [He]	301.5	4.5	93.3
95 Mo [He]	114.9	0.6	94.7
107 Ag [He]	0.94	1.4	88.1
111 Cd [He]	6.32	1.0	96.2
121 Sb [He]	56.2	0.5	96.3
137 Ba [He]	617.1	1.0	113.4
205 Tl [He]	6.00	0.7	99.2
208 Pb [He]	18.9	0.2	96.1

結論

Agilent 7700x ICP-MS の新しいオクタポールリアクションシステム (ORS^3) は、イオンレンズ、および検出器などの改良をしました。その結果、水素やアンモニアなどの反応性ガスを用いることなく、また複雑な干渉方程式も使用せずに、飲料水に含まれるあらゆる必要な元素を、He モードのみで、ppt レベルで測定することが可能です。7700x は、広いダイナミックレンジを持つ四重極 ICP-MS であり、標準装備の HMI システム搭載により、高マトリクスサンプルに対するマトリクス耐性の向上を実現しました。さらに、飲料水分析用のシンプルな最適化条件は、土壌や汚泥などのさらに複雑な環境サンプルに使用するものと同一であり、リアクションセルガスしか使用できない機器の場合に必須となるサンプル固有のチューニング条件の最適化が必要ありません。

詳細情報

アジレントの製品およびサービスの詳細は、弊社ウェブサイト www.agilent.com/chem/icpms:jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/icpms:jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc., 2009
Published in Japan
July 30, 2009
5990-4315JAJP

Agilent Technologies